

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

09/744082

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

EP99/5200



4

Bescheinigung

REC'D 05 OCT 1999	
WIPO	PCT

Die Elotex AG in Sempach-Station/Schweiz hat eine Patentanmeldung unter der Bezeichnung

"Redispergierbares Pulver und dessen wäßrige Dispersion,
Verfahren zur Herstellung sowie Verwendung"

am 22. Juli 1998 beim Deutschen Patent- und Markenamt eingereicht.

Das angeheftete Stück ist eine richtige und genaue Wiedergabe der ursprünglichen Unterlage dieser Patentanmeldung.

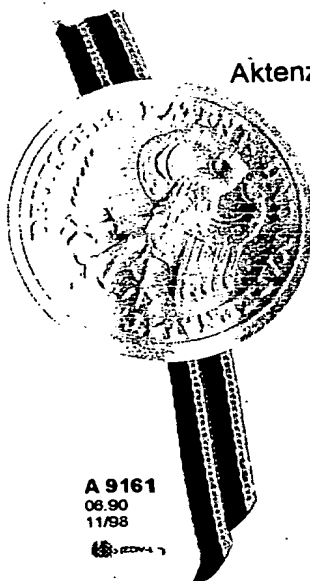
Die Anmeldung hat im Deutschen Patent- und Markenamt vorläufig die Symbole C 08 F, C 08 J und C 08 L der Internationalen Patentklassifikation erhalten.

München, den 26. August 1999
Deutsches Patent- und Markenamt

Der Präsident
Im Auftrag

Aktenzeichen: 198 33 062.6

Keller



**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

A 9161
06.90
11/98

DPMA

Elotex AG

u.Z.: Pat 1320/6-98

München, den 21.07.1998

Dr.H/fg/se

5

Redispergierbares Pulver und dessen wäßrige Dispersion,
Verfahren zur Herstellung sowie Verwendung

10 Die vorliegende Erfindung betrifft ein redispergierbares Pulver, dessen wäßrige Dispersion, ein Verfahren zur Herstellung des redispergierbaren Pulvers sowie die Verwendung von Pulver und Dispersion.

15 Die Stabilisierung wäßriger Polymerisatdispersionen (Latices) ist im Stand der Technik bekannt. Im Gegensatz zu Polymerisatlösungen sind wäßrige Polymerisatdispersionen keine thermodynamisch stabilen Systeme. Aus diesem Grund werden den Dispersionen im allgemeinen Dispergiermittel zugesetzt, welche grenzflächenstabilisierende Wirkung besitzen. In der Regel sind dies wasserlösliche Verbindungen, die entweder in Form von Schutzkolloiden oder Emulgatoren vorliegen. Schutzkolloide wirken aufgrund einer sterischen bzw. elektrostatischen Abschirmung stabilisierend, während Emulgatoren aufgrund ihrer amphiphilen Struktur die Polymerisatdispersion stabilisieren. Derartige Stabilisatoren, die auch bei der Emulsionspolymerisation herangezogen werden können, sind herkömmliche oberflächenaktive Mittel, d.h. wasserlösliche Polymere, wie Polyvinylalkohol oder Polyvinylpyrrolidon.

25

Neben den stabilisierten, wäßrigen Polymerisatdispersionen sind vor allem die durch Trocknung aus diesen Dispersionen zugänglichen Pulver von großer Bedeutung. Redispergierbare Pulver sind aufgrund ihrer leichten Handhabbarkeit, des einfacheren, platzsparenden Transports, der einfacheren Dosierbarkeit und der kostengünstigeren Lagerhaltung von Vorteil. Aufgrund des überall leicht verfügbaren Dispergiermediums „Wasser“ ist die Pulverform auch in dieser Hinsicht wünschenswert. Die Trocknungsverfahren zur Gewinnung des redispergierbaren Pulvers werden beispielsweise mittels Gefrier- oder Sprühtrocknen unter Verwendung von Schutzkolloiden, wie Polyvinylalkohol, durchgeführt. Ein besonders günstiges Verfahren zur Trocknung der wäßrigen

30

Dispersionen ist das Verfahren der Sprühtrocknung, womit größere Pulvermengen erzeugt werden können. Hiernach wird die wäßrige Dispersion in einem Warmluftstrom versprüht und entwässert, wobei vorzugsweise Trockenluft und die versprühte wäßrige Dispersion im Gleichstrom durch den Trockner geführt werden und bei Bedarf bekannte Trockenhilfsmittel mitverwendet werden können.

Ein Problem bei der Verwendung oberflächenaktiver Mittel bzw. Schutzkolloide ist die Koaleszenz, d.h. das unerwünschte Zusammenfließen der Latexteilchen in der Emulsion, wodurch kein redispergierbares Pulver mehr erhalten werden kann. Diese Zusammenballung zu größeren Polymerisatsekundärteilchen (Koagulat) ist bei gegebenem Polymerisatgehalt der wäßrigen Dispersion umso kritischer, je feinteiliger die dispergierten Teilchen sind, da die Grenzfläche mit abnehmendem Teilchendurchmesser überproportional wächst.

Ein entsprechendes Pulver sollte zwar vollständig reversibel dispergierbar sein, aber bei Zusatz von Wasser treten in der Regel keine vollständig befriedigenden Ergebnisse auf. Dies hängt damit zusammen, daß sich beim Trocknen die in der Dispersion befindlichen hochdispersen Teilchen zwangsläufig aneinander annähern, bis bei Kontakt der Oberflächen der Teilchen irreversible Veränderungen auftreten, wie die bereits erläuterte Koaleszenz oder auch eine Aggregation der Teilchen. Hierdurch werden die Oberflächeneigenschaften der dispersen Phase so verändert, daß bei der Zugabe von Wasser die Affinität der Teilchen zueinander größer ist als diejenige zum Wasser, so daß es zu keiner eigentlichen Redispersion mehr kommt.

Ferner können die bereits angesprochenen Emulgatoren bzw. Schutzkolloide, wie beispielsweise Polyvinylalkohol, eine Verringerung der Reaktivität der redispergierten Polymerteilchen zur Folge haben. Mit anderen Worten kann das redispergierbare Pulver nach der erneuten Dispergierung teilweise oder ganz seine Reaktivität sowie die damit verbundenen Eigenschaften verlieren, wodurch die weitere Umsetzung der copolymerisierten funktionellen Monomere nach der Redispersion stark beeinträchtigt wird oder ganz unterbleibt. Eine Möglichkeit stabilisierte Dispersionen aus wasserunlöslichem Latex zur erhalten, ist aus der EP 0 441 037 A1 bekannt. Diese beschreibt anionisch stabilisierte Dispersionen aus Latex und einem quaternären kationischen Polymer, bevorzugt einem Polyamid-Epichlorhydrinharz, wobei beide

Komponenten als lösliche Polymere getrennt hergestellt und gelagert werden. Beide Komponenten werden zusammen auf die Anwendungsoberfläche gesprüht, um eine nicht auswaschbare Trockenbeschichtung zu bilden, wobei das kationische Polymer als Ausflockungsmittel dient. Die kationischen Polymeren tragen somit nicht zur Stabilisierung der Dispersion bei, sondern zerstören diese unter Ausfällen der Latex-Polymere (sog. Brechen der Emulsion) und Bildung einer Beschichtung. Redispergierbare Pulver werden nicht erwähnt.

In der EP 0 286 008 B1 ist die Verwendung von wäßrigen kationischen Kunststoffdispersionen zum Imprägnieren und Grundieren von saugfähigen Substraten beschrieben. Die kationischen Dispersionpolymerisate enthalten 80 bis 99 Gew.-% ethylenisch ungesättigte Monomere aus der Gruppe Vinylester, Methacrylester, Acrylester, Vinylaromaten, Vinylchlorid, Ethylen, Acrylnitril, Diester von Maleinsäure und/oder Fumarsäure, Vinylpyrroliden, 1 bis 20 Gew.-% ethylenisch ungesättigte kationische wasserlösliche Monomere, 0 bis 19 Gew.-% ethylenisch ungesättigte hydrophile Monomere mit einer oder mehreren funktionellen Gruppen aus der Reihe COOH , $-\text{NR}^1\text{R}^2$, $-\text{CONR}^1\text{R}^2$, wobei R^1 und R^2 für H oder $-\text{CH}_2\text{OR}$ mit $\text{R}=\text{H}$ oder (C_1 bis C_8)-Alkyl stehen, und bis zu 19 Gew.-% ethylenisch ungesättigte Monomere mit einer oder mehreren OH-Gruppen. Die Monomeren werden so ausgewählt, daß die Mindestkationenaktivität der Dispersionen von 20 bis 200 $\mu\text{mol/g}$ Feststoff, gemessen bei pH 7, beträgt und sich 60 bis 99 % der kationischen Ladung auf der Oberfläche der Teilchen befindet, und die Dispersionen eine minimale Filmbildungstemperatur (MFT) zwischen 0 und 40°C besitzen. Die Polymerisatpartikel der Dispersionen weisen einen mittleren Durchmesser von 0,02 bis 0,2 μm auf. Die kationischen Dispersionen finden Verwendung zum Imprägnieren und Grundieren von Mauerwerk, Beton, Putzflächen, geschliffenem Putz, Gipsflächen oder Mauersteinen. Dispergierbare Pulver werden jedoch nicht beschrieben.

Nach der JP 55 104 955 A wird eine wäßrige Dispersion eines kationischen ethylenisch ungesättigten Polymers beschrieben, das eine Glasumwandlungstemperatur $T_g < 50^\circ\text{C}$ besitzt und ein kationisches wasserlösliches oder wasserdispergierbares ethylenisch ungesättigtes Oligomer und/oder Polymer und/oder kationisierbare ethylenisch ungesättigte Monomere in wäßriger Phase enthält. Die Polymeren dienen als Additive zur Verbesserung der Eigenschaften von Zementprodukten. Hierdurch werden die

Wasserbeständigkeit, Wasserundurchlässigkeit, Festigkeit, Adhäsion, chemische Beständigkeit und Haltbarkeit eines Zementprodukts, wie Mörtel, verbessert. Die Emulsionspolymerisation dieser Polymere wird entweder durch Radikalpolymerisation von alpha- oder beta-ethylenisch ungesättigten Monomeren in Gegenwart von kationischen, wasserlöslichen und/oder wasserdispergierbaren Oligomeren und/oder Polymeren oder durch radikalische Polymerisation von alpha- oder beta-ethylenisch ungesättigten Monomeren erreicht, die teilweise durch kationische ethylenisch ungesättigte Monomere, wie Dimethylaminoethylmethacrylatester von Maleinsäure, Fumarsäure, Itaconsäure usw., ersetzt sind.

Nachteilig an dieser Lehre ist einerseits der sehr eingeschränkte Rahmen der verwendbaren Polymeren sowie das sehr beschränkte Anwendungsgebiet für Zementformulierungen. Andererseits müssen die hergestellten Polymeren eine Glasumwandlungstemperatur $T_g < 50^\circ\text{C}$ besitzen, um Mörtel die gewünschten Eigenschaften zu verleihen. Ferner dient das kationische Acrylharz nach diesem japanischen Patent als Wasserdispergiermittel und wird als zusätzliches Additiv eingesetzt. In der Tat dient die Verwendung des kationischen wasserlöslichen oder -dispergierbaren Oligomers und/oder Polymers dazu, die Koagulation des Latex im Zement zu verhindern. Darüber hinaus ist in der JP 55 104 955 A kein redispergierbares Pulver beschrieben und auch nicht vorgesehen. Es ist aus den bereits erläuterten Gründen sehr viel schwieriger, zusätzlich zu einer stabilen Dispersion ein aus dieser gewinnbares redispergierbares Pulver bereitzustellen.

Die JP 46-22922 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung kationischer Vinylpolymer-Emulsionen, wobei das Monomer eine Dien- und/oder Vinylverbindung darstellt, das in Gegenwart eines wasserlöslichen, wärmehärtbaren kationischen Harzes polymerisiert wird. Das Harz wird durch Umsetzung wasserlöslicher, unmodifizierter oder modifizierter Homopolyamidharze, die im wesentlichen nur sekundäre Amingruppen enthalten, mit Epihalohydrinen in Wasser hergestellt, wobei auch ein nichtionischer Emulgator herangezogen werden kann. Die derart hergestellten Emulsionen finden zur Verbesserung der Festigkeit, Wasserbeständigkeit, Wärmebeständigkeit und Adhäsion von Emulsionspolymerfilmen in der Papierherstellung und -verarbeitung oder auch in Zementformulierungen Verwendung. Redispergierbare Pulver sind in der JP 46-22922

nicht beschrieben. Nachteilig ist hier insbesondere der sehr eingeschränkte Bereich der eingesetzten Ausgangsmaterialien.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, redispergierbare Pulver aus stabilisierten wäßrigen Dispersionen bereitzustellen, wobei die vorteilhaften oder in Einzelfällen verbesserten Eigenschaften der Pulver nach erneuter Dispergierung in wäßrigem Medium beibehalten werden sollen. Ferner sollen im redispergierbaren Pulver zusätzliche funktionelle Gruppen vorhanden sein, die nach Redispergieren nicht deaktiviert werden, wobei die Endanwendungen, wie beispielsweise in kunststoffhaltigen zementgebundenen Systemen, aufgrund von wünschenswerten Folgereaktionen zu verbesserten Anwendungsprodukten führen. Darüber hinaus soll die Auswahl der Ausgangsmaterialien flexibel gestaltbar sein. Auf stabilisierende Zusätze in Form von Emulgatoren und Schutzkolloiden sowie Trocken- oder Sprühhilfen soll im wesentlichen verzichtet werden können.

Erfindungsgemäß wird obige Aufgabe gelöst durch ein redispergierbares Pulver, erhältlich durch (Co-)Polymerisation unter Verwendung eines Polymers mit kationischer Funktionalität in einem wäßrigen Medium, gegebenenfalls unter Einsatz üblicher Zusätze, wobei das Polymer mit kationischer Funktionalität durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird, worin mindestens ein (Co-)Monomer eine kationische Funktionalität aufweist, weitere (Co-)Monomeren zugegeben werden und in Gegenwart geeigneter Initiatoren polymerisiert wird, und durch Trocknen der erhaltenen wäßrigen Dispersion, wobei das (Co-)Polymerisat eine oder mehrere reaktive Gruppen aufweist.

Demzufolge wird zu Beginn der Emulsionspolymerisation eine Art Schutzkolloid in Form eines Polymers mit kationischer Funktionalität bereitgestellt, das als Latexstabilisator dient. Das Polymer kann vorgelegt oder erst durch Homo- oder (Co-)Polymerisation funktioneller Monomeren, die gegebenenfalls reaktive Gruppen enthalten, mit einem oder mehreren kationischen olefinisch ungesättigten Monomeren in situ erzeugt werden. Überraschenderweise besitzen die Polymeren mit kationischer Funktionalität für das erfindungsgemäß herstellbare redispergierbare Pulver die einem Emulgator oder einem Schutzkolloid entsprechende Wirkung und führen bereits während der Emulsionspolymerisation zu einer Stabilisierung der dispergierten copolymerisierten Teilchen.

Es wird durch eine Art „Einpolymerisation“ des Polymers mit kationischer Funktionalität ein in Dispersion stabiles Latexteilchen erzeugt, wobei zudem auf die Latexoberfläche bestimmte Funktionalitäten aufgebracht werden können, insbesondere für eine gewünschte Umsetzung nach erfolgter Redispersion.

5

Zur Lösung der vorstehend formulierten Aufgabe ist es von großer Bedeutung, daß mindestens eine oder mehrere reaktive Gruppen im hergestellten (Co-)Polymerisat vorhanden sind. Es spielt keine Rolle, ob die reaktive(n) Gruppe(n) im Polymer mit der kationischen Funktionalität, den in situ Monomeren zur Herstellung dieses Polymers und/oder in den (Co-)Monomeren vorhanden ist(sind). Die reaktive(n) Gruppe(n) ist(sind) bevorzugt eine Hydroxyl-, Carboxyl-, Carbonsäureester-, Amin-, Ammonium-, Amid-, Silan-, Epoxid-, Carbonyl-, Formamid-, Acetamid, Succinimid- und/oder Epihalohydrin-Gruppe. Es sind so redispersierbare Pulver erhältlich, die aus Dispersionen mit den gleichen reaktiven Gruppen herstellbar sind (z.B. ein Typ einer Dispersion). Darüber hinaus können die eingebrachten reaktiven Gruppen auch verschiedene Gruppen umfassen (z.B. eine Dispersion mit mehreren reaktiven Zentren).

10

15

20

25

30

Nach Redispersieren der Pulver können die eingeführten reaktiven Gruppen mit üblichen chemischen Reaktionen, beispielsweise durch Änderung des pH-Wertes, umgesetzt werden. Dies kann insbesondere zur Vernetzung der dispergierten Teilchen zur Filmbildung herangezogen werden. Man spricht auch von einer pH-gesteuerten (Selbst-)Vernetzung der Dispersionen. Erfindungsgemäß ist es auch möglich, durch entsprechende Änderung des pH-Werts in wäßrigem Medium die im (Co-)Polymerisat vorhandenen Gruppen, die zunächst in deaktivierter Form vorliegen, in reaktive Gruppen umzuwandeln. Die Änderung des pH-Wertes kann entweder durch Zugabe eines entsprechenden Feststoffes, z.B. durch eine feste Säure, wie Zitronensäure oder Oxalsäure, bzw. eine feste Base, wie Calciumhydroxid, Natriumhydroxid oder Zement, zum Pulver erreicht werden, oder aber die pH-Änderung kann durch entsprechende Komponenten in der Matrix erfolgen, in welche das Pulver gegeben und gemischt wird.

Durch Einführung reaktiver Gruppen können so gezielt die Eigenschaften der gewünschten Endprodukte variiert werden. Zum Beispiel verbessert die Anwesenheit von Epichlorhydringruppen die Verarbeitbarkeit von Mörtel hinsichtlich der Naßadhäsion. Beispielsweise können die Epichlorhydrin-Gruppen durch entsprechende pH-Wert-

Änderung zu den entsprechenden Epoxiden umgewandelt werden, die somit in eine reaktive Form versetzt werden und anschließend, beispielsweise mit Amingruppen, zu Polymeren vernetzen können. Dies spielt beispielsweise bei einkomponentigen Epoxy/Härter Pulvern eine Rolle, wobei beim Redispergieren eine pH-gesteuerte Vernetzung auftreten kann. N-Methylolacrylamid-Gruppen bewirken aufgrund ihrer guten Vernetzung im sauren Bereich verbesserte Verarbeitungseigenschaften bei (Holz-) Klebstoffen. Carboxylgruppen verbessern die Verarbeitbarkeit bzw. das Abbindeverhalten bei Zementprodukten. Zum Beispiel werden Acrylsäuregruppen bei pH-Erhöhung deprotoniert und können mit Ca^{2+} -Ionen Komplexe bilden und vernetzen; in deprotonierter Form können sie mit einem Epoxid reagieren. Silane, beispielsweise hydrolysieren bei erhöhtem/erniedrigtem pH-Wert zum reaktiven Silanol, wie Coatosil® 1706, und zeigen nach Vernetzen mit einem Substrat (z.B. Mörtel, Holz, Glas) ein ausgezeichnetes Abbindeverhalten (Adhäsion).

Erfindungsgemäß ist der Ausdruck „Polymer mit kationischer Funktionalität“ nicht besonders beschränkt, solange es durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird und im Molekül zumindest eine kationische Funktion sowie gegebenenfalls zumindest eine reaktive Gruppe vorhanden ist. Unter den Begriff „Polymer“ fallen Homopolymere, Copolymere, Blockpolymere oder Propfcopolymere und auch Oligomere. Für den Fachmann ist offensichtlich, daß zahlreiche (co-)polymerisierbare Ausgangsmonomeren die Voraussetzungen zur Herstellung für diese Polymere erfüllen können.

Das Polymer geht aus einem olefinisch ungesättigten Monomer mit kationischer Funktionalität hervor, das beispielsweise ein Aminoacrylat- oder -methacrylatester, ein Vinylpyridin, ein Alkylaminogruppen enthaltender Vinylether oder ein Alkylaminogruppen enthaltendes Acrylamid/Methacrylamid ist. Bevorzugt geht die kationische Funktionalität auf eine quaternäre Ammoniumgruppe zurück. Erfindungsgemäß besonders bevorzugte Monomeren zur Herstellung des Polymers mit kationischer Funktionalität sind beispielsweise: N,N-[(3-Chloro-2-hydroxypropyl)-3-dimethylammoniumpropyl]-methacrylamidchlorid (DMPMA-epi), N-[3-(Dimethylamino)propyl]-methacrylamidhydrochlorid (DMPMA-HCl), N-[3-(Trimethylammonium)-propyl]-methacrylamidchlorid (MAPTAC), 2-Hydroxy-3-methacryloxypropyl-trimethylammoniumchlorid, Dimethyldiallylammoniumchlorid, Aziridinyethylmethacrylat, Morpholino-

ethylmethacrylat, Trimethylammoniummethyl-methacrylatchlorid, Dimethylaminopropylmethacrylat, 1,2,2,6,6-Pentamethylpiperidinylmethacrylat, Aminopropylvinylether, Diethylaminopropylether und t-Butylaminoethylmethacrylat oder dergleichen.

- 5 Das Polymer mit kationischer Funktionalität kann somit erfindungsgemäß entweder in einem vorgeschalteten Schritt durch Homo- oder (Co-)Polymerisation von Monomeren mit kationischer Funktionalität bzw. mit weiteren (Co-)Monomeren hergestellt und sofort, ohne isoliert zu werden, weiterverarbeitet werden (in situ-Weiterverarbeitung); oder das Polymer mit kationischer Funktionalität kann unabhängig vom erfindungsgemäßen Verfahren zunächst gesondert hergestellt und vor der erfindungsgemäßen
- 10 Weiterverarbeitung isoliert werden. Selbstverständlich kann auch jedes kommerziell erhältliche Polymer mit kationischer Funktionalität, welches die genannten Voraussetzungen erfüllt, eingesetzt werden. Bevorzugt macht das Polymer mit kationischer Funktionalität oder das in situ hergestellte Polymer etwa 0,5 bis 50 Gew.-%, insbesondere etwa 1 bis 30 Gew.-%, des gesamten Monomerengewichts aus.
- 15

- Die vorliegende Erfindung unterliegt im Hinblick auf die Wahl der (Co-)Monomere, die in Gegenwart des kationischen Polymers polymerisiert werden, keiner besonderen Einschränkung. Es sind alle dem Fachmann bekannten (co-)polymerisierbaren
- 20 Monomeren, die gegebenenfalls zumindest eine reaktive Gruppe besitzen, einsetzbar. Beispielhaft seien genannt: (Meth-)Acrylsäuren, Vinylsulfonsäuren, Vinyltoluolsulfonsäuren, ungesättigte zweibasige Säuren, deren Halbeste und Salze, alpha-beta-ungesättigte Amide, Vinylester, vinylsubstituierte aromatische Verbindungen, heterocyclische Verbindungen mit Vinylgruppen, Vinylidenhalogenide, alpha-Olefne,
- 25 Diallylphthalate, Divinylbenzole, Alkylacrylate, Trimethylolpropantrimethylacrylate, alpha,beta-ethylenisch ungesättigte Monomere, wie Acrylatester, Methacrylatester, Carboxylatester mit Methanol, Ethanol, Propanol, Butanol, Styrol und Styrolerivate, wie alpha-Methylstyrol, o-, m- und p-Methylstyrol, o-, m- und p-Ethylstyrol, o,p-Dimethylstyrol, o,p-Diethylstyrol, Isopropylstyrol, o-Methyl-p-Isopropylstyrol, p-Chlorstyrol, p-Bromstyrol, o,p-Dichlorstyrol, o,p-Dibromstyrol, Alkohole, Polyole, Glycidylalkohole, Glykole, Polycarbonsäuren und Silane.
- 30

Bevorzugt können neben kationischen Monomeren auch Monomere copolymerisiert werden, deren zusätzliche protonierte reaktive Gruppe(n) bei entsprechender Anhebung

des pH-Wertes deprotoniert wird (werden). Derartige Gruppen sind dem Fachmann bekannt, es handelt sich beispielsweise um Amingruppen. Erfindungsgemäß können auch (Co-)Monomeren eingesetzt werden, die zusätzlich eine anionische Funktionalität aufweisen. Somit entstehen amphotere Systeme, welche als solche stabil sind und nicht koagulieren. Diese überraschenden Eigenschaften sind in dieser Form im Stand der Technik nicht beschrieben.

Die reaktiven Monomeren können vorzugsweise etwa 2 bis 100 Gew.-%, insbesondere 10 bis 100 Gew.-%, des Polymers mit kationischer Funktionalität ausmachen. Bevorzugt entfallen im erhaltenen (Co-)Polymerisat auf etwa 1 Gew.-Teil Monomer mit kationischer Funktionalität des Polymers (mit kationischer Funktionalität) etwa 2 bis 250 Gew.-Teile, insbesondere etwa 4 bis 100 Gew.-Teile übrige (Co-)Monomere. Erfindungsgemäß enthält das hergestellte (Co-)Polymerisat etwa 0,001 bis 50 Mol-%, insbesondere etwa 0,1 bis 35 Mol-%, Monomereinheiten mit kationischer Funktionalität.

Nach einer alternativen Ausführungsform kann das Polymer mit kationischer Funktionalität in Gegenwart einer Saat in situ gebildet werden, d.h., es wird der zusätzliche Verfahrensschritt der Saatspolymerisation vorgeschaltet. Bei der Saatspolymerisation, die sich insbesondere zur Herstellung monodisperser Teilchen eignet, legt man ein Latex mit einheitlicher Teilchengröße vor. Zu diesem Saat-Latex werden die zu polymerisierenden Monomeren in Monomerzulaufweise zudosiert. Die Polymerisation wird dabei so durchgeführt, daß die vorgelegten Latexteilchen unter Erhalt der Monodispersität des Systems volumenmäßig zunehmen, jedoch zahlenmäßig nicht anwachsen. Die Teilchenzahl ist dabei proportional zum Vorlageanteil, und man erhält enge Teilchen-Größenverteilungen. Zur Ausbildung der Saat werden erfindungsgemäß etwa 0,1 bis 25 Gew.-%, insbesondere etwa 0,5 bis 20 Gew.-%, des (Co-)Monomers, bezogen auf das fertige (Co-)Polymerisat, herangezogen.

Die erfindungsgemäßen Pulver, deren Dispersionen unter Verwendung einer vorgeschalteten Saatspolymerisation hergestellt werden, besitzen eine äußerst homogene Teilchengröße, d.h., die Teilchen sind monodispers. "Monodispers" bedeutet in diesem Zusammenhang, daß die mittleren Teilchendurchmesser vorzugsweise um etwa $\pm 10\%$ variieren. Derartige homogene Teilchengrößen sind mit den bekannten Verfahren des Standes der Technik nur schwer einstellbar oder sind nur mit sehr großem

verfahrenstechnischen Aufwand und geringen Ausbeuten herstellbar. Die Teilchengröße kann demzufolge in der vorliegenden Erfindung gezielt eingestellt werden. Die gebildeten Latex-Teilchen im redispergierbaren Pulver besitzen bevorzugt einen mittleren Durchmesser von etwa 30 bis 1000 nm, insbesondere etwa 50 bis 600 nm.

5

In einer weiteren Variante können die Polymeren und/oder (Co-)Monomeren so ausgewählt und das Verfahren derart gesteuert werden, daß ein (Co-)Polymerisatteilchen mit heterogener Morphologie gebildet wird. "Heterogene Morphologie" soll in diesem Zusammenhang bedeuten, daß nicht zwingend zwei oder mehrere verschiedene Glasumwandlungstemperaturen T_g vorhanden sein müssen. Mit anderen Worten weisen die (Co-)Polymerisatteilchen Bereiche unterschiedlicher Zusammensetzung auf. Erfindungsgemäß kann es sich z.B. um eine inverse Kern-Schale-Morphologie handeln, wobei im wesentlichen eine weitgehend hydrophile innere Phase (Kern) und im wesentlichen eine weitgehend hydrophobe äußere Phase (Schale) vorhanden sind. Erfindungsgemäß kann auch eine sogenannte Brombeerstruktur (raspberry-like structure) erzeugt werden. Selbstverständlich ist es auch möglich, Mischformen mit heterogener Morphologie zu erhalten. Bevorzugt wird die Emulsionspolymerisation dabei derart durchgeführt, daß der Anteil an Polymer mit kationischer Funktionalität in der äußeren Phase größer ist als in der inneren Phase. Die in diesem Zusammenhang variierbaren Parameter und Bedingungen sind dem Fachmann bekannt. Hierfür wird auf „Emulsion Polymerization and Emulsion Polymers, P.A. Lovell und M. S. El-Aasser, 1997, insbesondere S. 293-326 verwiesen.

20

25

30

Dabei kann beispielsweise die Glasumwandlungstemperatur T_g von innerer und äußerer Phase jeweils modifiziert werden, um eine Anpassung an den gewünschten Verwendungszweck zu ermöglichen. Bekanntermaßen läßt sich durch Wahl und Menge der verwendeten Monomeren die Glasumwandlungstemperatur steuern. Dem Fachmann sind die im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens anzuwendenden Kriterien zur Einstellung der Glasumwandlungstemperatur bekannt. Die Gewichtsanteile der möglichen (Co-)Monomeren wählt man somit derart aus, daß die Glasumwandlungstemperatur T_g (midpoint temperature gemäß ASTM D3418-82) der Verfilmung der hergestellten redispergierbaren Teilchen die gewünschte modifizierende Wirkung ergibt, wobei T_g in der Regel im Bereich von -70 bis 110°C liegt. Generell kann die Glasumwandlungstemperatur entweder mittels Messung, zum Beispiel durch DSC-

Methoden oder durch theoretische Berechnung ermittelt werden. Die Glasumwandlungstemperatur der (Co-)Polymeren wird erfindungsgemäß nach einer empirischen Näherung von Fox berechnet (T.G. Fox, Bull. Am. Phys. Soc. (ser II) 1,123 (1956) und Ullmann's Enzyklopädie der Technischen Chemie, Bd. 19, 4. Auflage, Verlag Chemie, Weinheim, 1980, S. 17/18). Für die Glasumwandlungstemperatur gilt demnach:

$$\frac{1}{T_g} = \frac{w_A}{T_{gA}} + \frac{w_B}{T_{gB}} + \dots + \frac{w_n}{T_{gn}}$$

wobei gilt

$$w_A + w_B + w_C \dots = 1$$

und $w_A, w_B \dots$ die Massenbrüche der Monomeren a, b... und $T_{gA}, T_{gB} \dots$ die Glasumwandlungstemperaturen der entsprechenden (Co-)Polymeren bedeuten. Die Glasumwandlungstemperaturen bestimmter Homopolymerisate der vorgenannten Monomeren sind bekannt und zum Beispiel in Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, VCH, Weinheim, Vol. A21 (1992), S. 169 aufgelistet.

Nach einer bevorzugten Ausführungsform liegt der Tg-Wert der äußeren Phase möglichst hoch und gleichzeitig der Tg-Wert der inneren Phase möglichst tief. Bevorzugt liegt beispielsweise die Glasumwandlungstemperatur Tg der inneren Phase unter 50°C und die Glasumwandlungstemperatur Tg der äußeren Phase über 50°C. Ist eine sehr schnelle Filmbildung erwünscht, dann besitzt bevorzugt die innere Phase einen möglichst tiefen Tg-Wert, vorzugsweise unterhalb von 50°C, wodurch eine Koaleszenz der Latexteilchen eintritt. Dies ist dann von Vorteil, wenn eine elastifizierende Wirkung der (Co-)Polymerisateilchen gewünscht wird. In Einzelfällen kann es von Vorteil sein, die Glasumwandlungstemperatur Tg auch unterhalb von 0°C zu wählen. Beispielsweise eignet sich zur Modifikation von Reparaturmörtel insbesondere der Tg-Bereich von 0 bis 25°C.

Wenn keine schnelle Filmbildung bei Raumtemperatur erfolgen soll, liegt die Glasumwandlungstemperatur Tg über 50°C. In entsprechenden Anwendungen kann dies

von Bedeutung sein, weil damit die Stabilität von redispergierbaren Pulvern erhöht wird und höhere mechanische Eigenschaften in der Endanwendung erzielt werden.

Vorteilhafterweise besitzen aus Latex-Teilchen zusammengesetzte Pulver generell eine wesentlich bessere Lager- und Wasserbeständigkeit als Produkte ohne heterogene Morphologie. Ferner werden die in der inneren Phase vorhandenen funktionellen Gruppen von der äußeren Phase geschützt. Bevorzugt wird die innere Phase von der äußeren Phase vollständig umschlossen. Durch Zugabe einer Base kann das Polymer in der inneren Phase durch zumindest teilweise Neutralisation herausgelöst werden und somit aus der äußeren Phase vollständig herausdiffundieren. Als Basen eignen sich sog. Quellmittel, für die das hydrophobe Polymer der äußeren Phase durchlässig ist, um ein Aufquellen der Polymeren zu bewirken. Geeignete Quellmittel umfassen Basen, wie Ammoniak, Ammoniumhydroxid und flüchtige niedere aliphatische Amine, wie Morpholin, Trimethylamin und Triethylamin. Ferner können auch Kaliumhydroxid, Lithiumhydroxid, Zinkammoniumkomplexe, Kupferammoniumkomplexe, Silberammoniumkomplexe, Strontiumhydroxid, Bariumhydroxid und dergleichen eingesetzt werden.

Demnach erfüllt die äußere Phase die Funktion eines Schutzschildes, das sowohl in wäßriger Dispersion als auch in Pulverform die reaktiven Gruppen der Polymere der äußeren Phase, beispielsweise Carboxylgruppen, vor sofortiger Umsetzung schützt. Hierdurch kann gezielt eine verzögerte Freisetzung des Polymers der inneren Phase in kontrollierten Raten durch Zugabe einer der obengenannten Basen erfolgen. Durch die verzögerte Freisetzung kann eine sofortige Komplexbildung, zum Beispiel der Carboxylgruppe mit Metallionen im Zement, oder sonstige unerwünschte Blockierung über elektrostatische Wechselwirkung der reaktiven Gruppen vermieden werden. Das Verhindern einer unmittelbaren Umsetzung der Reaktanten ist von Vorteil, wenn eine längere Ver- bzw. Bearbeitungszeit erforderlich ist und ein zu schnelles Durchreagieren der Komponenten in Form von Abbinden, Aushärten oder dergleichen vermieden werden soll. Dieser erfindungsgemäße Effekt wird auch durch sehr hohe Konzentrationen der reaktiven Gruppen des Kernpolymers nicht beeinträchtigt, was wohl auf die erzielte homogene Verteilung der reaktiven Gruppen des Kernpolymers zurückzuführen ist.

Zusätzlich zu der heterogenen Morphologie kann bei Herstellung des kationischen Polymers wiederum eine Saatpolymerisation durchgeführt werden, wie sie oben bereits

beschrieben wurde. Die mittels der vorgeschalteten Saatpolymerisation hergestellten (Co-)Polymerisateilchen besitzen nach dieser Variante nicht nur die mit der heterogenen Morphologie verbundenen Vorteile, sondern weisen zusätzlich eine weitgehend homogene Teilchengrößenverteilung auf, sind also sogenannte monodisperse Teilchen.

5

Die Erfindung betrifft auch wäßrige Dispersionen der oben beschriebenen redispergierbaren Pulver.

10

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur Herstellung eines redispergierbaren Pulvers, umfassend (Co-)Polymerisation unter Verwendung eines Polymers mit kationischer Funktionalität in einem wäßrigen Medium, gegebenenfalls unter Einsatz üblicher Zusätze, wobei das Polymer mit kationischer Funktionalität durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird, worin mindestens ein (Co-)Monomer eine kationische Funktionalität aufweist, weitere (Co-)Monomeren zugegeben werden und in Gegenwart geeigneter Initiatoren polymerisiert wird, und durch Trocknen der erhaltenen wäßrigen Dispersion, wobei das (Co-)Polymerisat eine oder mehrere reaktive Gruppen aufweist. In einer Alternative kann das Polymer mit kationischer Funktionalität auch in Gegenwart einer Saat in situ gebildet werden. Auch können die Polymeren und/oder (Co-)Monomeren so ausgewählt werden und das Verfahren derart gesteuert werden, daß ein (Co-)Polymerisateilchen mit heterogener Morphologie gebildet wird. Um Wiederholungen zu vermeiden wird für Einzelheiten auf die obigen Ausführungen hierzu verwiesen.

15

20

25

30

Grundsätzlich kann die Emulsionspolymerisation zur Herstellung der redispergierbaren Pulver kontinuierlich, semikontinuierlich oder als Batch-Prozeß durchgeführt werden. Dies hängt auch davon ab, ob das Polymer mit kationischer Funktionalität separat hergestellt wird oder unmittelbar nach in situ-Herstellung weiterverarbeitet wird. Beispielsweise kann nach Herstellung des kationischen Polymers das Verfahren batchweise durchgeführt werden. Darüber hinaus ist es dem Fachmann klar, daß er zur Durchführung des Verfahrens die Grundsätzlichkeiten einer Emulsionspolymerisation zu bedenken sind. So werden beispielsweise radikalische Initiatoren zur Durchführung der Polymerisation eingesetzt. Die vorliegende Erfindung unterliegt bei der Auswahl der Initiatoren keinerlei relevante Einschränkung. Die im Rahmen der Erfindung eingesetzten

radikalischen Initiatoren sind entweder wasserlöslich oder wasserunlöslich, d.h., sie sind dann monomerlöslich. Geeignete wasserlösliche Initiatoren sind Natrium-, Kalium- und Ammoniumperoxodisulfat, Wasserstoffperoxid und wasserlösliche Azoverbindungen, beispielsweise 2,2'-Azobis(2-amidinopropandihydrochlorid), 2,2'-Azobis[2-methyl-N-(2-hydroxyethyl)propionamid] und 2,2'-Azobis[2-(2-imidazolin-2-yl)propan]dihydrochlorid. Geeignete monomerlösliche Initiatoren sind organische Hydroperoxide, wie tert-Butylhydroperoxid, Pinanhydroperoxid, p-Menthanhydroperoxid, Cumolhydroperoxid und Diisopropylphenylhydroperoxid, organische Peroxide, wie Dibenzoylperoxid, Dilaurylperoxid und Diacetylperoxid sowie monomerlösliche Azoverbindungen, wie Azoisobutyronitril. Besonders bevorzugt sind 2,2'-Azobis(2-amidinopropandihydrochlorid) und TBHP (t-Butylhydroperoxid). Es können auch Gemische von Initiatoren eingesetzt werden.

Anstelle eines radikalischen Initiators kann auch ein Initiatorsystem, das aus einem radikalischen Initiator der oben geschilderten Art und einem wasserlöslichen Reduktionsmittel besteht, eingesetzt werden. Die wasserlöslichen Reduktionsmittel wirken als Aktivatoren für die Initiatoren. Geeignete Reduktionsmittel sind Ascorbinsäure, Natrium-, Kalium- und Ammoniumsulfid, Bisulfit und Metabisulfit, Natriumformaldehydsulfoxylat, Weinsäure, Zitronensäure und Glucose. Sie können in Kombination mit einem Schwermetallsalz eingesetzt werden. Die Reduktionsmittel werden in der Regel in einer Menge von 0,01 bis 2 Masse-%, bezogen auf die zugegebenen Gesamtmonomeren, eingesetzt. Sie werden in der Regel während der Polymerisation zudosiert. Der eigentliche radikalische Initiator wird demnach während der Polymerisation gebildet, was beispielsweise durch thermische Zersetzung obigen Initiators, aber auch durch Reaktion des Initiators mit einem wäßrigen Reduktionsmittel erfolgen kann. Die Initiatoren oder die Initiatorkombination werden in der Regel in einer Menge von 0,01 bis 2 Masse-%, bezogen auf die gesamten Monomeren, eingesetzt. Besonders bevorzugt sind 2,2'-Azobis(2-amidinopropan)dihydrochlorid, Wasserstoffperoxid und t-Butylhydroperoxid in Kombination mit einem Reduktionsmittel, wie beispielsweise Natriumformaldehydsulfoxylat.

Übliche Zusätze können je nach anwendungstechnischen Bedingungen mitverwendet werden. Als Beispiele seien genannt Verdickungsmittel, Pigmente, flammfestigkeitserhöhende Stoffe, Vernetzer, Füllstoffe, Verstärkungsmittel, Verfilmungshilfsmittel, Anti-

oxidantien, Fungizide, Entschäumer, Weichmacher, Konservierungsmittel, Netzmittel, Rheologiemodifizierungsmittel, Vernetzer, Harze, Klebmittel, Antiblockmittel und dergleichen, die in üblichen Mengen zugesetzt werden können.

5 Die Herstellung der Dispersion erfolgt erfindungsgemäß bevorzugt ohne oberflächenaktive Mittel, wie Emulgatoren oder dergleichen; gegebenenfalls kann jedoch eine geringe Menge an Emulgator eingesetzt werden. Der Anteil an Emulgator liegt zweckmäßigerweise unter etwa 3 Gew.-%, insbesondere unter etwa 1,5 Gew.-%. Bevorzugt liegt der Emulgatoranteil sogar unter 1,0 Gew.-%, ganz besonders bevorzugt unter 0,5 Gew.-% oder sogar unter 0,2 Gew.-%. Es können die üblichen in Emulsionspolymerisationen verwendbaren Emulgatoren bzw. Schutzkolloide eingesetzt werden.

15 Die Polymerisation wird vorzugsweise zwischen etwa 50 und 100°C, insbesondere zwischen etwa 60 und 90°C durchgeführt. Die Temperatur kann beispielsweise vom verwendeten Initiatorsystem abhängen. Die Anfangstemperatur beträgt in Einzelfällen vorzugsweise etwa 70°C. Die auf die exotherme Reaktion bei der Polymerisation zurückgehende Wärmeentwicklung kann benutzt werden, um die Reaktionstemperatur zwischen 80 und 90°C einzustellen, wobei gegebenenfalls gekühlt werden muß, um den angegebenen Temperaturrahmen nicht zu überschreiten. Es kann die insgesamt entstehende Wärmemenge abgeführt werden, um die Anfangstemperatur von etwa 70°C im Verlauf der Reaktion beizubehalten oder sogar noch zu unterschreiten. In Einzelfällen kann in einem Autoklaven gearbeitet werden, was die Möglichkeit erschließt, die Polymerisation oberhalb von 100°C durchzuführen.

25 Der pH-Wert des wäßrigen Dispergiermediums beträgt während der radikalischen wäßrigen Emulsionspolymerisation in der Regel 2 bis 10. Nach Ende der Polymerisation kann der pH-Wert auf einen Wert von 2 bis 12 eingestellt werden.

30 Nach Erhalt der stabilisierten wäßrigen Dispersion kann durch Entfernen des Wassers in üblicher Weise durch Trocknung, insbesondere durch Sprüh- oder Gefriertrocknen das erfindungsgemäße Pulver erhalten werden. Das redispergierbare Pulver kann als pulverförmige Fertigmischung verwendet werden, die nur noch mit Wasser angerührt

werden muß. Es kann je nach dem gewünschten Anwendungszweck in mehr oder weniger konzentrierter Form in Wasser redispergiert werden.

Besonders vorteilhaft kann bei der vorliegenden Erfindung ein hoher Feststoffgehalt in der hergestellten Dispersion erzielt werden, wobei eine Dispersion mit bis zu etwa 75% Feststoffgehalt im wäßrigen Medium möglich ist. Zweckmäßigerweise wird jedoch in der Regel eine wäßrige Dispersion mit etwa 20 bis 60%, insbesondere etwa 30 bis 50% Feststoffgehalt hergestellt.

Das redispergierbare Pulver sowie die wäßrigen Dispersionen gemäß der vorliegenden Erfindung können vielseitig verwendet werden. So eignen sie sich zur Verwendung in Verbund- und Beschichtungsmörteln, Zementfarben und Klebstoffen, in kunststoffhaltigen zementgebundenen Systemen, insbesondere in Mörtel, und kunststoffgebundenen zementfreien Bindemitteln, insbesondere in zementfreien Mörteln, Gipsmörteln, Grundierungen, Putzen, Teppich-, Holz-, Pulver- und Bodenklebstoffen sowie in Tapetenkleister, Dispersionsfarben und Glasfaserverbundsystemen. Insbesondere sind die ausgehend von der Saatpolymerisation hergestellten (Co-)Polymerisate in Form des redispergierbaren Pulvers als Füllmaterial für Säulen in chromatographischen Trennverfahren, wie der Gaschromatographie oder der Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) sowie als Eichmaterial für Vorrichtungen zur Vermessung der Teilchengröße geeignet, da die Teilchen aufgrund des Herstellungsverfahrens weitgehend gleiche Durchmesser besitzen, d.h. homogen bzw. monodispers sind.

Erfindungsgemäß kann das redispergierbare Pulver als Träger zur verzögerten Freisetzung für Wirkstoffe aller Art eingesetzt werden. Dies kann durch Einpolymerisierung der Wirkstoffe in die (Co-)Polymerisateilchen erfolgen oder durch Zugabe der Dispersion unter Rühren und anschließendem Trocknen. Derartige Wirkstoffe finden beispielsweise im landwirtschaftlichen Bereich Verwendung und sind Fungizide, Herbizide, Phytohormone, Insektizide, Nematizide, Rodentizide und Akarizide. Auch kommen aus dem Lebensmittelbereich stammende Wirkstoffe in Frage, wie beispielsweise Vitamine, Mineralstoffe und dergleichen. Besonders bevorzugt können die erfindungsgemäßen redispergierbaren Pulver als inerte Trägermaterialien für Arzneistoffe im medizinischen Sektor Verwendung finden. Dies ist insbesondere

aufgrund der verzögerten Freisetzung vorteilhaft, da hiermit eine leichtere Dosierung bei gezielterer Anwendung erreicht werden kann.

Die gewünschten verbesserten Eigenschaften der erfindungsgemäß erhältlichen Pulver beruhen darauf, daß ein Polymer mit kationischer Funktionalität in einem Emulsionspolymerisationsverfahren zum Teil bzw. vollständig die Funktion eines oberflächenaktiven Mittels oder Schutzkolloids übernimmt und zwar unabhängig von weiteren Funktionalitäten im Molekül. Es spielt keine Rolle, ob das Polymer mit der kationischen Funktionalität in homo- oder copolymerisierter Form vorliegt.

Die mit der Erfindung verbundenen Vorteile sind vielfältig. Die Erfindung ermöglicht es, reaktive redispergierbare Pulver bereitzustellen, die nach der Redispergierung weiteren chemischen Reaktionen unterzogen werden können, wie beispielsweise einer Vernetzung in Abhängigkeit vom pH-Wert. Dadurch können in hohem Maße vernetzte Systeme erhalten werden, die wasserbeständig sind. Diese können zum Beispiel in Außenanwendungen ohne Zement eingesetzt werden, wo eine hohe Lösungsmittelbeständigkeit erforderlich ist. Die Anwesenheit zusätzlicher reaktiver Gruppen führt generell zu verbesserten Eigenschaften der Produkte. In besonders vorteilhafter Weise können die reaktiven Funktionalitäten an die Latex-Oberfläche gebracht werden, d.h., die Stelle, wo sie ihre höchsten Reaktivitäten entfalten. Ferner besitzen die erfindungsgemäßen redispergierbaren Pulver bezüglich der quantitativen und qualitativen Rahmenbedingungen gegenüber den eingangs geschilderten Lehren des Standes der Technik eine überraschende Flexibilität. Diese zeigt sich in den gezielt individuell für jede Anwendung einstellbaren Eigenschaften der Teilchen, beispielsweise durch die zusätzliche Saatpolymerisation und/oder die Ausbildung einer heterogenen Morphologie. Es ist besonders vorteilhaft, wenn die dispergierten Polymerisatteilchen einen relativ kleinen Durchmesser aufweisen, der durch Einbeziehung der Saatpolymerisation gezielt hergestellt werden kann. Derartige monodisperse Teilchen sind sogar den hohen Anforderungen chromatographischer Trennsysteme oder Eichmaterialien gewachsen. Die erfindungsgemäße spezielle Latexmorphologie führt zu überragenden Eigenschaften der Latexteilchen. Es können Polymere mit reaktiven Gruppen eingekapselt werden, wodurch beispielsweise eine verzögerte Umsetzung oder Vernetzung während der Anwendung erreicht wird. Diese Eigenschaften bleiben auch bei hohen Konzentrationen reaktiver Gruppen des Kernpolymers erhalten. Auch bieten die erfindungsgemäßen

redispersierbaren Pulver als inerte Trägermaterialien für eine Vielzahl von Wirkstoffen, beispielsweise aus dem landwirtschaftlichen Bereich, dem Lebensmittel- sowie Arzneimittelsektor, die Möglichkeit einer verzögerten Freisetzung und damit besseren Dosierbarkeit. Durch gezielte Auswahl der Glasumwandlungstemperatur in den Latexteilchen kann eine zusätzliche Anpassung an den gewünschten Verwendungszweck erfolgen. Emulgatoren sind erfindungsgemäß nicht zwingend erforderlich. Hierdurch können mit derartigen stabilisierenden Zusätzen verbundene Nachteile gänzlich ausgeschlossen werden. Es kann sogar auf jegliche weitere stabilisierende Mittel verzichtet werden. Dennoch zeigen die erhaltenen redispersierbaren Pulver sehr günstige Eigenschaften. Ein besonderer Vorteil liegt darin, daß die redispersierbaren Pulver bei den angesprochenen Endanwendungen zu verbesserten Eigenschaften führen.

Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Beispielen, welche die erfindungsgemäße Lehre nicht beschränken sollen, im einzelnen beschrieben. Dem Fachmann sind im Rahmen der erfindungsgemäßen Offenbarung weitere Ausführungsbeispiele offensichtlich.

In den Beispielen werden folgende Abkürzungen verwendet:

MMA	Methylmethacrylat,
BA	Butylacrylat,
MAPTAC	N-[3-(Trimethylammonium)propyl]-methacrylamidchlorid,
DMAPMA	N-[3-(Dimethylamino)propyl]-methacrylamid,
DMAPMA-epi	N,N-[3-Chloro-2-hydroxypropyl]-3-dimethylammonium-propyl]-methacrylamidchlorid,
AA	Acrylsäure,
GMA	Glycidylmethacrylat,
VEOVA®-10	Vinylester von Versatic 10® (VEOVA® X ist eine Marke der Firma Shell und steht für Vinylester von Carbonsäuren, die auch als Versatic® X-Säuren bezeichnet werden),
Triton®	Marke von Rohm & Haas für ein Sortiment von nichtionogenen Tensiden,
TBHP-70	t-Butylhydroperoxid, 70%ig in Wasser,

Coatosil® 1706	Vinyltriisopropoxysilane; OSi Specialties, Inc.,
NVF	N-Vinylformamide,
HCl	Salzsäure und
V-50	2,2'-Azobis (2-amidinopropan)dihydrochlorid.

5

Beispiel 1

In einen 2 l-Glasreaktor, ausgerüstet mit einem Rührer und einer Temperaturregelung, wurden nacheinander 20,7 g Triton® X-405, 3,6 g Dodecylmercaptan, 0,9 g Essigsäure und 675 g entionisiertes Wasser gegeben. Anschließend wurde mit Stickstoff gespült und unter Rühren auf 80°C erhitzt. Bei Erreichen dieser Temperatur wurden gleichzeitig 66,0 g einer 55%igen wäßrigen Lösung von N,N-[(3-Chloro-2-hydroxypropyl)-3-dimethylammoniumpropyl]-methacrylamidchlorid (nachfolgend als DMAPMA-epi bezeichnet) und eine Mischung von 72,4 g Methylmethacrylat und 72,4 g Butylacrylat während einer Stunde zudosiert. Eine Minute später wurden 1,3 g 2,2' -Azobis (2-amidinopropan)dihydrochlorid (von Wako Chemicals GmbH; nachfolgend als V-50 bezeichnet) in einer Portion zugegeben. 15 Minuten nach dem Start der obigen Zuläufe wurden 4,9 g V-50, gelöst in 15 g Wasser, während 3,5 Std. zudosiert. Es wurde darauf geachtet, daß die Temperatur während der ganzen Zeit zwischen 79 und 81°C gehalten wurde, 75 Minuten nach dem Polymerisationsstart wurden während 2 1/4 Std. eine Mischung von 272 g Methylmethacrylat und 272 g Butylacrylat zudosiert. Nachdem alle Zuläufe beendet waren, wurde auf 60°C gekühlt, mit 20 g Wasser verdünnt und etwas später weiter auf 30°C gekühlt und die Dispersion analysiert. Der Festkörper betrug 49,1%, die Viskosität 1030 mPas (nach Brookfield, Spindel 4, 20 RPM) und der pH- Wert lag bei 4,1.

25

Beispiel 2

Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 20,7 g Triton® X-405, 3,6 g Dodecylmercaptan, 1,0 g Natriumhydrogencarbonat und 670 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 72,4 g N-[3-(Trimethylammonium)propyl]-methacrylamidchlorid (50%ig in Wasser, nachfolgend als MAPTAC bezeichnet) und der einstündige Monomerzulauf bestand aus 54,3 g Methylmethacrylat, 54,3 g Butylacrylat und 36,2 g Glycidylmethacrylat. Der Festkörper betrug 47,0%, die Viskosität 9000 mPas; der pH-Wert lag bei 8,3.

30

Beispiel 3

Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei jedoch 20,7 g Triton® X-405, 3,6 g Dodecylmercaptan, 0,9 g Essigsäure und 670 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Der einstündige Monomerzulauf bestand aus 54,3 g Methylmethacrylat, 54,3 g Butylacrylat und 36,2 g N-[3-(Dimethylamino)propyl]-methacrylamid (nachfolgend als DMAPMA bezeichnet). Der Festkörper betrug 49,0%, die Viskosität 1940 mPas; der pH-Wert lag bei 8,8.

Beispiel 4

Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,6 g Dodecylmercaptan, 1,1 g Essigsäure und 710 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 67,3 g DMAPMA-epi und der einstündige Monomerzulauf bestand aus 133,4 g Methylmethacrylat und 14,8 g Butylacrylat. Der Festkörper betrug 47,1%, die Viskosität 400 mPas; der pH-Wert lag bei 1,5.

Beispiel 5

Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,6 g Dodecylmercaptan, 1,0 g Natriumhydrogencarbonat und 680 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 67,3 g DMAPMA-epi und der einstündige Monomerzulauf aus 99,9 g Methylmethacrylat, 11,1 g Butylacrylat und 37,0 g Coatosil® 1706. Der Festkörper betrug 47,1%, die Viskosität 1000 mPas; der pH-Wert lag bei 6,5.

Beispiel 6

Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei jedoch 20,7 g Triton® X-405, 3,6 g Dodecylmercaptan, 1,0 g Natriumhydrogencarbonat und 670 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 72,4 g DMAPMA-epi und 72,4 g MAPTAC, sowie der einstündige Monomerzulauf aus 54,3 g Methylmethacrylat, 54,3 g Butylacrylat und 36,2 g Glycidylmethacrylat. Nach 1 3/4 Stunden stieg die Viskosität an, so daß weitere 560 g Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Der Festkörper betrug 30,0%, die Viskosität 2200 mPas; der pH-Wert lag bei 7,3.

Beispiel 7

Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,6 g Dodecylmercaptan, 0,9 g Essigsäure, 200 g 1 N Salzsäure und 475 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden.

5 Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 65,9 g DMAPMA-epi und der einstündige Monomerzulauf aus 54,4 g Methylmethacrylat 54,4 g Butylacrylat und 36,3 g DMAPMA. Der Festkörper betrug 50,0%, die Viskosität 1380 mPas; der pH-Wert lag bei 4,8.

Beispiel 8

10 Beispiel 1 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,6 g Dodecylmercaptan, 0,9 g Essigsäure und 645 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 132,1 g DMAPMA-epi und der einstündige Monomerzulauf aus 18,2 g Methylmethacrylat 18,2 g Butylacrylat und 72,7 g
15 Acrylsäure. Der Festkörper betrug 48,4%, die Viskosität 14000 mPas; der pH-Wert lag bei 2,0.

Beispiel 9

20 In einen 2 l-Glasreaktor, ausgerüstet mit einem Rührer und einer Temperaturregelung, wurden nacheinander 10,0 g Triton® X-405, 0,8 g Natriumlaurylsulfat, 2,4 g Saatmonomer und 450 g entionisiertes Wasser zugegeben. Anschließend wurde mit Stickstoff gespült und unter Rühren auf 75°C geheizt. Eine Minute später wurde 1,0 g V-50 in einer Portion dazugegeben. Beim Erreichen dieser Temperatur wurde gleichzeitig 35,0 g einer 55%igen wäßrigen Lösung von DMAPMA-epi zusammen mit
25 60,0g entionisiertem Wasser während einer halben Stunde zudosiert. 30 Minuten nach dem Start der obigen Zuläufe wurden 5,7 g V-50, gelöst in 60 g Wasser, während 3,5 Std. zudosiert. Es wurde darauf geachtet, daß die Temperatur während der ganzen Zeit zwischen 74 und 76°C gehalten wurde. 30 Minuten nach dem Polymerisationsstart wurden während 3,0 Std. eine Mischung von 252 g Methylmethacrylat, 24 g Acrylsäure,
30 2,4 g Methacrylsäure und 252 g Butylacrylat zudosiert. Nachdem alle Zuläufe beendet waren, wurde auf 35°C abgekühlt. Der Festkörper betrug 49,8%, die Viskosität 607 mPas; der pH-Wert lag bei 2,7.

Beispiel 10

Die Dispersionen aus Beispiel 4, 5, 8 und 9 wurden nach den üblichen Verfahren sprühgetrocknet. Die Dispersionen 4, 5 und 8 wurden vor dem Versprühen mit 10 Teilen teilhydrolysiertem Polyvinylalkohol (Hydrolysegrad 88%; Viskosität 4 mPas als 4%ige Lösung) auf 90 Teile Dispersion vermischt. Der Feststoffanteil wurde mit Wasser auf 25% eingestellt und über eine Zweistoffdüse versprüht. Als Verdüsungskomponente diente auf 4 bar vorgepreßte Luft; die gebildeten Tropfen wurden mit 110 bis 115°C heißer Luft im Gleichstrom getrocknet. In allen Fällen resultierte ein freifließendes, redispergierbares Pulver.

Vergleichsbeispiel 1

Beispiel 2 wurde wiederholt, wobei jedoch 3,6 g Dodecylmercaptan, 0,9 g Essigsäure und 670 g entionisiertes Wasser in den Reaktor gegeben wurden. Die wäßrige Monomerlösung bestand aus 72,4 g MAPTAC und der einstündige Monomerzulauf aus 72,4 g Methylmethacrylat und 72,4 g Butylacrylat. Der Festkörper betrug 44,0%, die Viskosität 520 mPas; der pH-Wert lag bei 4,4.

Beispiel 11

In Petrischalen wurden Dispersionen obiger Beispiele gegossen, deren pH-Wert wahlweise mit 1 N Natronlauge eingestellt wurde, so daß je ca. 5 g Feststoff enthalten war. Die Dispersionen wurden bei Raumtemperatur getrocknet und ca. 1,5 g des erhaltenen Films wurden exakt eingewogen und zusammen mit 100 ml Aceton in einen 250 ml Erlenmeyerkolben gegeben und während 24 Std. bei Raumtemperatur stehen gelassen. Anschließend wurde die Acetonlösung gefiltert und im Doppel 10 ml Lösung ausgewogen, im Ofen getrocknet und den Feststoffanteil gewogen. Daraus wurde nach folgender Formel der in Aceton unlösliche Anteil berechnet: % Unlöslicher Anteil = $(1 - [\text{ausgewogener Anteil} \times 10]) / \text{eingewogener Film} \times 100\%$. Die Ergebnisse mit den erhaltenen Dispersionen sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefaßt.

Tabelle 1

Dispersion aus Beispiel Nr.		% Unlöslicher Anteil in Aceton	
		pH 10	pH 13
	pH nicht eingestellt		
1	28,0% (pH 4,1)	64,7%	73,0%
6	68,5% (pH 7,3)	72,5%	79,2%
7	35,8% (pH 4,8)	73,6%	NB*
Vergleichsbeispiel 1	34,5% (pH 4,4)	NB *	45,1%

* NB = Nicht Bestimmt

Beispiel 12

Beispiel 11 wurde wiederholt, wobei aber darauf geachtet wurde, daß zuerst zwei verschiedene Dispersionen miteinander vermischt wurden (gleicher Feststoffanteil), welche Reaktionspartner enthalten, die miteinander reagieren können. Die Ergebnisse mit den erhaltenen Dispersionen sind in Tabelle 2 dargestellt.

Tabelle 2

Dispersionen aus den Beispielen Nr.	% Unlöslicher Anteil in Aceton		
	pH 3	pH 7	pH 10
1 + 3	50,8	88,4%	92,3%

Die in Tabelle 1 und 2 erhaltenen Ergebnisse werden gleichermaßen auch bei Dispersionen, die durch Redispergierung des erfindungsgemäßen redispergierbaren Pulvers gewonnen werden, erzielt.

Die obigen Beispiele zeigen, daß erfindungsgemäß redispergierbare Pulver erhalten werden. Nach Redispergierung dieser Pulver geht die Reaktivität der vorhandenen reaktiven Gruppen überraschenderweise kaum verloren. Dies zeigt sich an dem oben bestimmten unlöslichen Anteil an Aceton. Je höher der prozentuale unlösliche Anteil ist, um so mehr Vernetzung wurde durch die anschließende Umsetzung der reaktiven

11-24-03-09-99

Gruppen erreicht. Demzufolge ist der unlösliche Anteil ein Maß für die beibehaltene Reaktivität im erfindungsgemäßen redispergierbaren Pulver. Hieraus resultieren die hervorragenden Anwendungs- und Verarbeitungseigenschaften der erfindungsgemäßen redispergierbaren Pulver bzw. Dispersionen.

5

* * *

Elotex AG
u.Z.: Pat 1320/6-98

München, den 21.07.1998
Dr.H/fg/se

5

Patentansprüche

10 1. Redispergierbares Pulver, erhältlich durch (Co-)Polymerisation unter Verwendung eines Polymers mit kationischer Funktionalität in einem wäßrigen Medium, gegebenenfalls unter Einsatz üblicher Zusätze, wobei das Polymer mit kationischer Funktionalität durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird, worin mindestens ein (Co-)Monomer eine kationische Funktionalität aufweist, weitere (Co-)Monomeren zugegeben werden und in Gegenwart geeigneter Initiatoren polymerisiert wird, und durch Trocknen der erhaltenen wäßrigen Dispersion, wobei das (Co-)Polymerisat eine oder mehrere reaktive Gruppen aufweist.

20 2. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer mit kationischer Funktionalität in Gegenwart einer Saat in situ gebildet wird.

25 3. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymeren und/oder (Co-)Monomeren so ausgewählt sind und das Verfahren derart gesteuert wird, daß ein (Co-)Polymerisatteilchen mit heterogener Morphologie gebildet wird.

4. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kern-Schale-Morphologie, insbesondere eine Brombeerstruktur, gebildet wird.

30 5. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß das (Co-)Polymerisatteilchen eine Kern-Schale-Morphologie aufweist, in der im wesentlichen eine weitgehend hydrophile innere Phase und eine weitgehend hydrophobe äußere Phase vorliegt.

6. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die reaktive Gruppe oder die reaktiven Gruppen im Polymer mit kationischer Funktionalität und/oder in den (Co-)Monomeren vorhanden sind und eine Hydroxyl-, Carboxyl-, Carbonsäureester-, Amin-, Ammonium-, Amid-, Silan-, Epoxid-, Carbonyl-, Formamid-, Acetamid-, Succinimid- und/oder Epihalohydrin-Gruppe darstellt oder darstellen.

7. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die reaktiven (Co-)Monomeren etwa 2 bis 100 Gew.-%, insbesondere etwa 10 bis 100 Gew.-%, des Polymers mit kationischer Funktionalität oder in situ-Polymers ausmachen.

8. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß im erhaltenen (Co-)Polymerisat auf etwa 1 Gew.-Teil Monomer mit kationischer Funktionalität des Polymers (mit kationischer Funktionalität) etwa 2 bis 250 Gew.-Teile, insbesondere etwa 4 bis 100 Gew.-Teile, (Co-)Monomer entfallen.

9. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche 2 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß zur Ausbildung der Saat etwa 0,1 bis 25 Gew.-%, insbesondere etwa 0,5 bis 20 Gew.-%, des (Co-)Monomers, bezogen auf das fertige (Co-)Polymerisat, herangezogen werden.

10. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die (Co-)polymeren Saat- bzw. Latex-Teilchen einen mittleren Durchmesser von etwa 30 bis 1000 nm, insbesondere etwa 50 bis 600 nm, aufweisen und weitgehend monodispers sind.

11. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer mit kationischer Funktionalität oder das in situ-Polymer ein Homo- oder ein (Co-)Polymer ist und etwa 0,5 bis 50 Gew.-%, insbesondere etwa 1 bis 30 Gew.-%, des gesamten Monomerengewichts ausmacht.

12. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die kationische Funktionalität auf eine quaternäre Ammoniumgruppe zurückgeht.

5 13. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß durch geeignete pH-Wert-Änderung in wäßrigem Medium vorhandene Gruppen reaktiviert werden.

10 14. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die pH-Wert-Änderung entweder durch Zugabe eines entsprechenden Feststoffes oder durch eine entsprechende Komponente in der Matrix erfolgt, in welche das redispergierbare Pulver gegeben wird.

15 15. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die (Co-)Monomeren zusätzlich zumindest eine protonierte reaktive Gruppe umfassen, die bei geeigneter Anhebung des pH-Wertes deprotoniert wird.

20 16. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die (Co-)Monomeren zusätzlich zumindest eine anionische Funktionalität aufweisen.

25 17. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Herstellung der Dispersion emulgatorarm oder emulgatorfrei erfolgt.

18. Redispergierbares Pulver nach Anspruch 17, dadurch gekennzeichnet, daß der Anteil an Emulgator unter etwa 5 Gew.-%, insbesondere unter etwa 2,5 Gew.-% liegt.

30 19. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung der hergestellten Dispersion in üblicher Weise, insbesondere durch Sprüh- oder Gefriertrocknen, erfolgt.

20. Redispergierbares Pulver nach mindestens einem der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, daß das (Co-)Polymerisat etwa 0,001 bis 50 Mol-%, insbesondere etwa 0,1 bis 35 Mol-%, Monomereinheiten mit kationischer Funktionalität enthält.

5

21. Wäßrige Dispersion des redispergierbaren Pulvers nach einem der Ansprüche 1 bis 20.

10

22. Verfahren zur Herstellung eines redispergierbaren Pulvers nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20, umfassend (Co-)Polymerisation unter Verwendung eines Polymers mit kationischer Funktionalität in einem wäßrigen Medium, gegebenenfalls unter Einsatz üblicher Zusätze, wobei das Polymer mit kationischer Funktionalität durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird, worin mindestens ein (Co-)Monomer eine kationische Funktionalität aufweist, weitere (Co-)Monomeren zugegeben werden und in Gegenwart geeigneter Initiatoren polymerisiert wird, und durch Trocknen der erhaltenen wäßrigen Dispersion, wobei das (Co-)Polymerisat eine oder mehrere reaktive Gruppen aufweist.

15

20

23. Verfahren nach Anspruch 22, dadurch gekennzeichnet, daß das Polymer mit kationischer Funktionalität in Gegenwart einer Saat in situ gebildet wird.

25

24. Verfahren nach Anspruch 22 oder 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Polymeren und/oder (Co-)Monomeren so ausgewählt sind und das Verfahren derart gesteuert wird, daß ein (Co-)Polymerisatteilchen mit heterogener Morphologie gebildet wird.

30

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, daß eine Kern-Schale-Morphologie, insbesondere eine Brombeerstruktur, gebildet wird.

26. Verfahren nach Anspruch 25, wobei das (Co-)Polymerisatteilchen im wesentlichen eine weitgehend hydrophile innere Phase und eine weitgehend hydrophobe äußere Phase aufweist.

27. Verwendung des redispergierbaren Pulvers nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20 in Verbund- und Beschichtungsmörteln, Zementfarben und Klebstoffen, in

kunststoffhaltigen, zementgebundenen Systemen, insbesondere in Mörtel, und kunststoffgebundenen zementfreien Bindemitteln, insbesondere in zementfreien Mörteln, Gipsmörteln, Grundierungen, Putzen, Teppich-, Holz-, Pulver- und Bodenklebstoffen sowie in Tapetenkleister, Dispersionspulverfarben, Glasfaserverbundsystemen und als Füllmaterial für Säulen in chromatographischen Trennverfahren, insbesondere bei der Gaschromatographie und der Hochdruckflüssigkeitschromatographie (HPLC) sowie als Eichmaterial für Vorrichtungen zur Vermessung der Teilchengröße.

28. Verwendung des redispergierbaren Pulvers nach mindestens einem der Ansprüche 1 bis 20 als Träger zur verzögerten Freisetzung für Wirkstoffe aller Art, insbesondere im landwirtschaftlichen Bereich für Fungizide, Herbizide, Phytohormone, Insektizide, Nematizide, Rodentizide und Akarizide, im Nahrungsmittelsektor für Vitamine, Mineralstoffe und dergleichen sowie im Arzneimittelbereich zur verzögerten Freisetzung von Medikamenten.

29. Verwendung der wäßrigen Dispersion nach Anspruch 21 in Verbund- und Beschichtungsmörteln, Zementfarben und Klebstoffen, in kunststoffhaltigen, zementgebundenen Systemen, insbesondere in Mörtel, und kunststoffgebundenen zementfreien Bindemitteln, insbesondere in zementfreien Mörteln, Gipsmörteln, Grundierungen, Putzen, Teppich-, Holz-, Pulver- und Bodenklebstoffen sowie in Tapetenkleister, Dispersionspulverfarben und Glasfaserverbundsystemen.

* * *

Elotex AG
Pat 1320/6-98

München, den 21.07.1998

Dr.H/fg/se

5

Zusammenfassung

Die Erfindung betrifft ein redispergierbares Pulver, erhältlich durch (Co-)Polymerisation unter Verwendung eines Polymers mit kationischer Funktionalität in einem wäßrigen Medium, gegebenenfalls unter Einsatz üblicher Zusätze, wobei das Polymer mit kationischer Funktionalität durch (Co-)Polymerisation in wäßrigem Medium von olefinisch ungesättigten (Co-)Monomeren erhalten wird, worin mindestens ein (Co-)Monomer eine kationische Funktionalität aufweist, weitere (Co-)Monomeren zugegeben werden und in Gegenwart geeigneter Initiatoren polymerisiert wird, und durch Trocknen der erhaltenen stabilisierten wäßrigen Dispersion, wobei das (Co-)Polymerisat eine oder mehrere reaktive Gruppen aufweist. Nach einer anderen Ausführungsform wird das Polymer mit kationischer Funktionalität in Gegenwart einer Saat in situ gebildet. Nach einer weiteren Ausführungsform wird das Verfahren derart gesteuert, daß ein (Co-)Polymerisatteilchen mit heterogener Morphologie gebildet wird. Ferner betrifft die Erfindung die wäßrigen Dispersionen, ein Verfahren zur Herstellung des redispergierbaren Pulvers sowie deren Verwendung.

* * *

THIS PAGE BLANK (USPTO)